

**POLVERE TERMOSPRUZZABILE A BASE DI CARBURO DI SILICIO, SUO
METODO DI PREPARAZIONE E SUO USO**

DESCRIZIONE

5 La presente invenzione si riferisce al settore dei rivestimenti per termospruzzatura, resistenti all'usura ad alta temperatura, all'erosione ed alla corrosione.

 Com'è noto, il carburo di silicio (SiC), per le sue proprietà chimico-fisiche, è un materiale molto attraente per rivestimenti di questo tipo. Tuttavia, la
10 termospruzzatura di carburo di silicio puro non è possibile, a causa della decomposizione di questa molecola ad elevata temperatura (v. M. Hansen, K. Anderko: „Constitution of binary alloys“; McGraw & Hill, 1958)

 Al riguardo si ricorda che nel diagramma di fase del sistema binario Si-C, il composto Si-C si decompone periteticamente a 2700°C.

15 La presente invenzione ha per oggetto una polvere a base di carburo di silicio che può essere termospruzzata, su un substrato metallico o non metallico, evitando la decomposizione della molecola SiC.

 È infatti oggetto della presente invenzione una polvere termospruzzabile, a base di carburo di silicio (SiC) e contenente almeno un boruro scelto dal gruppo
20 comprendente boruro di zirconio (ZrB₂), boruro di titanio (TiB₂) e boruro di afnio (HfB₂).

 La polvere termospruzzabile secondo l'invenzione può contenere preferibilmente 5-40%, e più preferibilmente 10-25% in peso di boruri di zirconio, titanio o afnio, la restante parte essendo carburo di silicio, a parte le inevitabili
25 impurezze.

 La polvere termospruzzabile secondo l'invenzione può avere la forma di particelle sferiche con diametro compreso fra 10 e 150 µm, preferibilmente tra 20 e 80 µm.

 L'invenzione ha anche per oggetto un procedimento per la preparazione della
30 suddetta polvere termospruzzabile, in cui polvere di SiC e polvere di almeno un boruro di Zr, Ti e/o Hf vengono miscelate ed aggregate.

*Express Mail Certificate Number: EV 292561353 US
Date of Deposit: December 10, 2003*

La miscelazione ed aggregazione può essere ottenuta con la tecnica dello spray dryer, eventualmente seguito da un trattamento termico di sinterizzazione.

È anche oggetto della presente invenzione un metodo per la preparazione di un materiale composito con substrato metallico o non metallico e rivestimento a base di SiC, in cui viene depositata sul substrato, con la tecnica del plasma spraying, la polvere termospruzzabile descritta in precedenza.

È ancora oggetto della presente invenzione il materiale composito che può essere ottenuto con il metodo definito in precedenza.

I rivestimenti tal quali, ottenibili per rimozione del substrato, metallico o non metallico, dai suddetti materiali compositi (ad esempio per lavorazione meccanica o per attacco chimico) possono essere impiegati come componenti a se stanti e sono anch'essi oggetto della presente invenzione.

Si è data finora della presente invenzione una descrizione di carattere generale. Con riferimento alle figure ed esempi che seguono verrà ora fornita una descrizione più dettagliata di specifiche forme di realizzazione, finalizzate a far meglio comprendere scopi, caratteristiche, vantaggi e modalità operative dell'invenzione.

La figura 1A mostra una micrografia al microscopio elettronico a scansione (SEM) effettuata su una miscela di polveri SiC + 25% ZrB₂ dopo l'agglomerazione con la tecnica dello spray drier.

La figura 1B mostra l'analoga immagine ottenuta su una miscela di polveri SiC + 10% ZrB₂ dopo agglomerazione.

Le figure 2A e 2B mostrano i diffrattogramma ai raggi X effettuati su miscele di polveri di SiC e ZrB₂ nelle proporzioni rispettive SiC + 25% ZrB₂ (2A) e SiC + 10% ZrB₂ (2B).

Le figure 3A e 3B mostrano i diffrattogramma ai raggi X effettuati sul rivestimenti ottenuti per termospruzzatura delle medesime polveri SiC + 25% ZrB₂ (3A) e SiC + 10% ZrB₂ (3B).

La figura 4 mostra una micrografia al microscopio elettronico a scansione (SEM) ad alti ingrandimenti presa sulla sezione del rivestimento della figura 3A.

ESEMPIO

Due polveri a base di SiC contenenti rispettivamente il 25% in peso di ZrB₂ e

il 10% in peso di ZrB_2 , vengono preparate miscelando fra loro i due materiali ceramici sotto forma di polveri con granulometria media rispettivamente pari a $0,7\ \mu m$ e $5\ \mu m$.

La miscelazione viene effettuata ad umido e la sospensione risultante viene atomizzata con un flusso di aria compressa a $520^\circ K$, ottenendo così una polvere
5 idonea ad essere impiegata in un impianto di spruzzatura al plasma, come confermato dalle micrografie riportate nelle figure 1A ed 1B, che mostrano come le due fasi ceramiche siano ben miscelate tra loro (nelle figure, la fase ZrB_2 appare di colore bianco brillante, mentre la fase SiC appare di colore grigio chiaro).

Le polveri sono state spruzzate con una torcia al plasma da 80 KW massimi di
10 potenza. Questa torcia è stata installata in una camera stagna, in modo da poter controllare la composizione e la pressione dell'atmosfera.

Come substrato sono stati impiegati campioni di acciaio inossidabile AISI 304, di dimensioni $50 \times 30 \times 3\ mm$.

Con ciascuna delle due polveri, sono state effettuate due distinte prove di
15 deposizione: una in aria ed una in atmosfera inerte.

Nel corso della prova in aria la camera di deposizione è stata mantenuta a pressione ambiente.

Nel caso della prova in atmosfera inerte, prima di iniziare la deposizione, la camera è stata evacuata sino ad un livello di vuoto di 2 Pa. Successivamente è stato
20 introdotto argon sino a raggiungere una pressione di 900 kPa.

In tutti i casi, il processo di deposizione si è svolto con l'impiego dei seguenti parametri:

- flusso dei gas plasmogeni: 47 SLPM di argon più 10 SLPM di idrogeno (SLPM = standard litri per minuto);
- 25 - potenza dell'arco elettrico 42 kW;
- distanza della torcia dal substrato, 110 mm;
- portata di alimentazione delle polveri, 7 g/minuto;
- numero di scansioni della torcia sul substrato, 75.

Durante la deposizione il substrato non ha superato la temperatura di $500^\circ K$.
30 Questa situazione è stata ottenuta raffreddando il substrato con un flusso di argon a temperatura ambiente.

Al termine del processo di deposizione, il campione rivestito è stato estratto dalla camera di deposizione ed è stato effettuato un diffrattogramma ai raggi X sul rivestimento ottenuto. Nelle figure 3A e 3B sono riportati i diffrattogramma relativi alle deposizioni in aria delle polveri di composizione rispettivamente SiC + 25% ZrB₂ (3A) e SiC + 10% ZrB₂ (3B).

Questi diffrattogramma sono stati confrontati con quelli effettuati sulla miscela di polveri prima della deposizione (figure 2A e 2B). Come si vede, gli spettri relativi alle medesime composizioni sono pressoché sovrapponibili. Questo significa che durante la deposizione al plasma non si sono verificate decomposizioni. Nelle figure 2 e 3 sono segnate le posizioni dei picchi dei due composti che costituiscono rispettivamente la polvere ed il rivestimento.

È stata poi eseguita una micrografia al microscopio elettronico a scansione (SEM) ad alti ingrandimenti, presa sulla sezione del rivestimento di cui alla fig. 3 A. È evidente la struttura tipica della solidificazione ad alta velocità di un eutettico.

L'analisi EDS, Energy Dispersion Spectrometry (che consente di conoscere la composizione chimica) ha mostrato che le parti grigio scure sono SiC, circondate da una matrice (la parte bianca) contenente ZrB₂ e SiC.

RIVENDICAZIONI

1. Polvere termospruzzabile, caratterizzata dal fatto di essere a base di carburo di silicio (SiC) e di contenere almeno un boruro scelto dal gruppo comprendente boruro di zirconio (ZrB_2), boruro di titanio (TiB_2) e boruro di afnio (HfB_2).
- 5 2. Polvere termospruzzabile come da rivendicazione 1, caratterizzata dal fatto che detto boruro è presente tra 5 e 40% in percentuale in peso.
3. Polvere termospruzzabile come da rivendicazione 2, in cui la percentuale in peso di detto boruro è compresa nell'intervallo 10-25.
4. Polvere termospruzzabile secondo la rivendicazione 1 caratterizzata dal fatto
10 di essere in forma di particelle sferiche con diametro compreso fra 10 e 150 μm .
5. Polvere termospruzzabile come da rivendicazione 4, in forma di particelle sferiche con diametro compreso fra 20 e 80 μm .
6. Procedimento per la preparazione della polvere termospruzzabile come da rivendicazione 1, caratterizzato dal fatto che una polvere di SiC e polveri di almeno
15 un boruro scelto tra i boruri di Zr, Ti e/o Hf vengono miscelate ed aggregate.
7. Procedimento per la preparazione della polvere termospruzzabile come da rivendicazione 6, in cui le polveri di SiC e di ZrB_2 , TiB_2 e/o HfB_2 vengono miscelate ed aggregate con la tecnica dello spray dryer, eventualmente seguito da un trattamento termico di sinterizzazione.
- 20 8. Metodo per la preparazione di un materiale composito con substrato metallico, o non metallico, e rivestimento a base di SiC , caratterizzato dal fatto di depositare sul detto substrato, con la tecnica del plasma spraying, una polvere termospruzzabile secondo la rivendicazione 1.
9. Materiale composito, caratterizzato dal fatto di essere preparato con il metodo
25 della rivendicazione 8.
10. Materiale ad elevata resistenza all'usura, alla corrosione e all'erosione ad elevata temperatura, caratterizzato dal fatto di essere preparato dal materiale composito della rivendicazione 9 per rimozione del detto substrato mediante lavorazione meccanica o attacco chimico.

RIASSUNTO

Una polvere termospruzzabile a base di carburo di silicio contiene almeno un boruro scelto fra boruro di zirconio, boruro di titanio e boruro di afnio. La polvere viene preparata per miscelazione e aggregazione di polveri contenenti i composti di
5 interesse. Detta polvere termospruzzabile viene impiegata per depositare, con la tecnica del plasma spraying, un rivestimento a base di carburo di silicio su un substrato metallico o non metallico. La figura mostra il diffrattogramma ai raggi X ottenuto, per una polvere a base di carburo di silicio, secondo l'invenzione, dopo la termospruzzatura. La sostanziale identità di questo diffrattogramma con quello
10 ottenuto prima della termospruzzatura dimostra che il carburo di silicio è stato depositato sul substrato senza decomporsi.